

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/EP05/050730

International filing date: 21 February 2005 (21.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: FR  
Number: 04/01946  
Filing date: 26 February 2004 (26.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 22 April 2005 (22.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



EP/05/50730

# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 03 MARS 2005

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr





26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

## BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

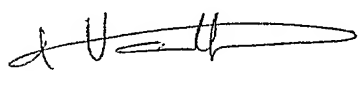
DB 540 W / 260899

|   |                      |   |   |
|---|----------------------|---|---|
| <p align="center"><b>Réservé à l'INPI</b></p> <p>REMISE DES PIÈCES<br/>DATE <b>26 février 2004</b><br/>LIEU <b>INPI PARIS F</b></p> <p>N° D'ENREGISTREMENT<br/>NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI <b>04 01946</b><br/>DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE<br/>PAR L'INPI <b>26 FÉV. 2004</b></p> <p><b>Vos références pour ce dossier</b><br/>(facultatif) IASR 2003/15 :</p> |                      | <p><b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b><br/>À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</p> <p>SOLVAY (Société Anonyme)<br/>Direction Régionale pour la France<br/>12, cours Albert Ier<br/>F - 75383 PARIS CEDEX 08<br/>(France)</p>   |   |
| <p><b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input checked="" type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie <b>04.01946</b></p>   |                      |   |   |
| <p><b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b></p>  |                      | <p><b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b></p>  |   |
| Demande de brevet   |                      | <input checked="" type="checkbox"/>   |   |
| Demande de certificat d'utilité   |                      | <input type="checkbox"/>  |   |
| Demande divisionnaire   |                      | <input type="checkbox"/>  |   |
| Demande de brevet initiale  |                      | N°  | Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> |
| ou demande de certificat d'utilité initiale   |                      | N°  | Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> |
| Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>   |                      | <input type="checkbox"/>  | N° <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>   |
| <p><b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b></p> <p>Couche en matière plastique de base comprenant des nodules de matière plastique barrière.</p>   |                      |   |   |
| <p><b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ</b><br/><b>OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE</b><br/><b>LA DATE DE DÉPÔT D'UNE</b><br/><b>DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b></p>  |                      | <p>Pays ou organisation <input type="text"/> N° <input type="text"/></p> <p>Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/></p> <p>Pays ou organisation <input type="text"/> N° <input type="text"/></p> <p>Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/></p> <p>Pays ou organisation <input type="text"/> N° <input type="text"/></p> <p>Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/></p> <p><input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</p> |   |
| <p><b>5 DEMANDEUR</b></p>   |                      | <p><input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</p>  |   |
| Nom ou dénomination sociale   |                      | INERGY AUTOMOTIVE SYSTEMS RESEARCH  |   |
| Prénoms   |                      |   |   |
| Forme juridique   |                      | Société Anonyme   |   |
| N° SIREN  |                      |   |   |
| Code APE-NAF  |                      |   |   |
| Adresse   | Rue                  | Rue de Ransbeek, 310  |   |
|   | Code postal et ville | 1120  | BRUXELLES   |
| Pays  |                      | Belgique  |   |
| Nationalité   |                      | Belge   |   |
| N° de téléphone (facultatif)  |                      |   |   |
| N° de télécopie (facultatif)  |                      |   |   |
| Adresse électronique (facultatif)   |                      |   |   |



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

|   |                      |   |  |                   |
|---|----------------------|---|--|-------------------|
| REMISE DES PIÈCES<br>DATE <b>26 février 2004</b><br>LIEU <b>INPI PARIS F</b><br>N° D'ENREGISTREMENT<br>NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI <b>04 01946</b> |                      | Réservé à l'INPI  |  | DB 540 W / 260899 |
| <b>Vos références pour ce dossier :</b><br><i>(facultatif)</i>  |                      | IASR 2003/15  |  |                   |
| <b>6 MANDATAIRE</b>   |                      |   |  |                   |
| Nom   |                      |   |  |                   |
| Prénom  |                      |   |  |                   |
| Cabinet ou Société  |                      |   |  |                   |
| N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel   |                      |   |  |                   |
| Adresse   | Rue                  |   |  |                   |
|   | Code postal et ville |   |  |                   |
| N° de téléphone <i>(facultatif)</i>   |                      |   |  |                   |
| N° de télécopie <i>(facultatif)</i>   |                      |   |  |                   |
| Adresse électronique <i>(facultatif)</i>  |                      |   |  |                   |
| <b>7 INVENTEUR (S)</b>  |                      |   |  |                   |
| Les inventeurs sont les demandeurs  |                      | <input type="checkbox"/> Oui<br><input checked="" type="checkbox"/> Non <b>Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée</b>   |  |                   |
| <b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>   |                      | Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)  |  |                   |
| Établissement immédiat ou établissement différé   |                      | <input checked="" type="checkbox"/><br><input type="checkbox"/>   |  |                   |
| Paiement échelonné de la redevance  |                      | <b>Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques</b><br><input type="checkbox"/> Oui<br><input type="checkbox"/> Non   |  |                   |
| <b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>   |                      | <b>Uniquement pour les personnes physiques</b><br><input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention ( <i>joindre un avis de non-imposition</i> )<br><input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt ( <i>joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence</i> ): |  |                   |
| Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes   |                      |   |  |                   |
| <b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b><br>(Nom et qualité du signataire)<br>INERGY AUTOMOTIVE SYSTEMS<br>RESEARCH (Société Anonyme)      |                      |   | <b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b><br> |                   |

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

Couche en matière plastique de base comprenant des nodules de matière  
plastique barrière

La présente invention concerne une couche en matière plastique de base comprenant des nodules de matière plastique barrière ainsi que des structures multicouches comprenant au moins une telle couche. Elle concerne plus particulièrement le recyclage et la réutilisation des constituants de corps creux  
5 multicouches comprenant au moins une couche de matière plastique barrière et une couche de matière plastique de base.

De telles structures multicouches sont couramment utilisées dans des industries très diverses, par exemple dans la fabrication de matériaux d'emballage ou de réservoirs à carburant. Un exemple de réservoir à carburant multicouche  
10 comporte 5 couches : PE/adhésif/EVOH/adhésif/PE, où PE désigne du polyéthylène de haute densité et EVOH désigne un copolymère éthylène-alcool vinylique, l'adhésif pouvant notamment être un polyéthylène greffé d'anhydride maléique (PE-g-AM).

Lors de la fabrication d'articles à base de matières plastiques, notamment  
15 par extrusion-soufflage, on produit inévitablement une quantité élevée (souvent plus de 40%) de déchets ou chutes de production (« scraps »), dont la récupération est avantageuse sur le plan économique. Il en va a fortiori de même en cas de mise au rebut d'articles entiers non-conformes ou usagés. Dans le cas de structures multicouches, la présence de plusieurs matières plastiques différentes provoque  
20 des problèmes lors de leur recyclage: si l'on se contente de les broyer en particules et de les réutiliser dans la fabrication d'un nouvel article, celui-ci risque de présenter des performances mécaniques médiocres, aussi doit-on parfois, selon la géométrie du réservoir, fortement limiter les quantités de matière ainsi recyclée. Il est donc souhaitable de disposer d'une méthode simple et efficace permettant de  
25 séparer des constituants de structures multicouches, en vue de pouvoir les réutiliser d'une manière comparable aux constituants vierges, sans affecter les performances des nouveaux articles fabriqués à partir des constituants ainsi récupérés.

Ainsi, la demande de brevet FR 2765828 au nom de la demanderesse propose un procédé de recyclage de réservoirs à carburant comprenant au moins  
30 une couche d'une matière plastique de base et une couche d'une matière plastique

barrière séparées par une couche de matière plastique adhésive, dans lequel on réduit lesdits réservoirs en fragments et on soumet ces fragments à une séparation électrostatique dans des conditions données.

5 Toutefois, à ce jour, le taux de réutilisation de ces matière recyclées, et des matières recyclées en général, est limité car elles ne sont en fait utilisées que dans la couche intermédiaire des articles, notamment pour des raisons de tenue mécanique de la couche intérieure et, en ce qui concerne la couche extérieure, pour des raisons d'esthétique ainsi que pour pouvoir assurer des soudures fiables de certains accessoires sur le réservoir. Une telle utilisation de matières recyclées 10 dans une couche intermédiaire est par exemple préconisée dans la demande de brevet FR 2765828 également au nom de la demanderesse.

Or, le fait de pouvoir augmenter le taux d'utilisation de déchets (du fait de pouvoir en utiliser à la fois dans les couches intermédiaires et dans les couches 15 externes) permet souvent de réaliser des économies substantielles, surtout dans le cas de production à grande échelle et/ou impliquant des matériaux coûteux.

La présente invention est basée sur la constatation surprenante qu'à condition que la matière plastique barrière soit répartie dans la matière plastique de base sous forme de nodules de petite taille (de diamètre inférieur ou égal ou 20 micron), l'utilisation de fragments de structures multicouches dans des articles monocouches ou dans les couches externes (intérieure et/ou extérieure) d'une structure multicouche ne porte pas atteinte à ses propriétés.

Par conséquent, la présente invention concerne une couche en matière plastique de base comprenant sous forme dispersée, des nodules de diamètre inférieur ou égal au micron comprenant de la matière plastique barrière non 25 compatible avec la matière plastique de base.

Par matière plastique, on entend désigner tout polymère ou mélange de polymères. Les matières thermoplastiques conviennent bien dans le cadre de l'invention. Par matière thermoplastique, on désigne tout polymère thermoplastique, y compris les élastomères thermoplastiques, ainsi que leurs 30 mélanges. On désigne par le terme "polymère" aussi bien les homopolymères que les copolymères (binaires ou ternaires notamment). Des exemples de tels copolymères sont, de manière non limitative : les copolymères à distribution aléatoire, les copolymères séquencés, les copolymères à blocs et les copolymères greffés.

35 Tout type de polymère ou de copolymère thermoplastique dont la température de fusion est inférieure à la température de décomposition

conviennent. Les matières thermoplastiques de synthèse qui présentent une plage de fusion étalée sur au moins 10 degrés Celsius conviennent particulièrement bien. Comme exemple de telles matières, on trouve celles qui présentent une polydispersion de leur masse moléculaire.

5 En particulier, on peut utiliser des polyoléfines, des polyhalogénures de vinyle, des polyesters thermoplastiques, des polycétones, des polyamides et leurs copolymères. Un mélange de polymères ou de copolymères peut aussi être utilisé, de même qu'un mélange de matières polymériques avec des charges  
10 inorganiques, organiques et/ou naturelles comme, par exemple, mais non limitativement : le carbone, les sels et autres dérivés inorganiques, les fibres naturelles, les fibres de verre et les fibres polymériques. De bons résultats ont également été obtenus avec des nanocomposites (ou polymères avec des charges de taille nanométrique).

A cet effet, il convient de noter que par les termes « en matière plastique »  
15 utilisés précédemment, on entend constitué à plus de 80% du poids total de ladite matière plastique, et en particulier, à plus de 90%.

La matière plastique de base est choisie en fonction des propriétés mécaniques et/ou chimiques que doit présenter la structure. A cette fin, on utilise généralement des polymères usuels tels que les polyoléfines ou les polymères  
20 halogénés. De bons résultats ont été obtenus lorsque la matière plastique de base est essentiellement constituée d'une ou plusieurs polyoléfines choisies parmi les homopolymères et copolymères de l'éthylène ou du propylène.

D'excellents résultats ont été obtenus avec du polyéthylène haute densité (PEHD), et ce en particulier lorsque le corps creux est un réservoir à carburant.

25 Par matière plastique barrière (constituant en partie ou en tout les nodules dispersés, étant entendu que la matière plastique barrière peut être un mélange de matières plastiques barrières et/ou peut contenir des additifs usuels tels que pigments, plastifiants, anti-oxydants...), on entend désigner toute matière plastique non compatible avec la matière plastique de base et apte à former une couche  
30 présentant une faible perméabilité vis-à-vis de fluides particuliers, tels que par exemple des carburants à base d'hydrocarbures. Des polymères cristallins avantageux présentant de telles propriétés sont notamment les polyamides, les polymères fluorés et les polymères de l'alcool vinylique [homopolymères (PVOH) et copolymères éthylène-alcool vinylique (EVOH)]. De très bons résultats sont  
35 obtenus lorsque la matière plastique barrière est essentiellement constituée d'un ou plusieurs polymères choisis parmi les polyamides et les copolymères éthylène-



alcool vinylique, et tout particulièrement de ces derniers.

Un paramètre important dans le cadre de la présente invention est la morphologie des nodules comprenant de la matière plastique barrière. Selon l'invention, ces nodules ou agglomérats de forme substantiellement sphérique, ont  
5 un diamètre (entendons le diamètre moyen, considéré comme étant la moyenne de la plus grande dimension des agglomérats substantiellement sphériques) inférieur ou égal au micron, de préférence à  $0.8\text{ }\mu\text{m}$ , voire à  $0.5\text{ }\mu\text{m}$ . A noter toutefois que le diamètre de ces nodules est généralement supérieur ou égal à  $0.1$ , voire à  $0.2\text{ }\mu\text{m}$ .

10 La couche en matière plastique comprenant des nodules conforme à l'invention peut être un article monocouche tel qu'un film, une plaque, un corps creux (réceptient)... Toutefois, de manière avantageuse, il s'agit d'une couche au sein d'une structure multicouche. Par structure multicouche selon cette variante de l'invention, on entend tout article ayant au moins 2 couches dont une  
15 essentiellement constituée de matière plastique de base avec des nodules de matière plastique barrière. De préférence, cet article est un corps creux destiné à contenir une poudre, des granules... et de préférence, un fluide. Dans ce cas, généralement, la structure multicouche comprend également une couche essentiellement constituée de matière plastique barrière à la migration du fluide  
20 qu'elle contient et/ou de certains gaz (air, humidité). De bons résultats sont obtenus lorsque la couche de matière plastique de base qui comprend des nodules est une couche extérieure (soit la couche intérieure du corps creux, en contact avec le fluide, soit la couche extérieure, en contact avec le monde extérieur), appelée ci-après « couche B ». De manière tout particulièrement préférée, la  
25 couche B est la couche intérieure du corps creux.

La teneur en matière plastique barrière de cette couche B est généralement inférieure à 5% en poids. En pratique, cette teneur est généralement inférieure à 1%, voire à 0.5%.

Le corps creux multicouche conforme à cette variante de l'invention peut  
30 être utilisé dans de nombreuses applications différentes, notamment en vue de transporter ou de contenir différents types de fluides, sous forme de tube ou de flacon tels que bouteille ou réservoir. Particulièrement, il peut être utilisé dans le domaine des véhicules automobiles, notamment sous forme de réservoir à carburant ou de tubulure de remplissage pour réservoir à carburant. D'excellents  
35 résultats ont été obtenus dans le cas d'un réservoir à carburant.

Il résulte de ce qui précède que lorsque la structure multicouche selon

cette variante de l'invention est un réservoir à carburant, il comprend de préférence au moins une couche essentiellement constituée d'EVOH (copolymère éthylène-alcool vinylique) et une couche essentiellement constituée de PEHD (polyéthylène haute densité) comprenant des nodules d'EVOH de  
5 diamètre inférieur ou égal au  $\mu\text{m}$ .

La matière plastique barrière utilisée dans certaines variantes de l'invention présente souvent une faible adhérence vis-à-vis des polymères usuels dont est généralement essentiellement constituée la couche de matière plastique de base, ce qui impose souvent le recours à une couche de matière plastique adhésive entre la  
10 couche barrière et la couche de base de la structure selon l'invention.

La matière plastique adhésive selon cette variante de l'invention est choisie en fonction de la nature des matières plastiques barrière et de base. On utilise fréquemment, comme matière plastique adhésive, une polyoléfine compatibilisée, et en particulier du polyéthylène compatibilisé. La compatibilisation peut  
15 notamment être obtenue par un greffage, en particulier au moyen d'un anhydride d'acide carboxylique, par exemple d'anhydride maléique. De préférence, la matière plastique adhésive est essentiellement constituée d'une polyoléfine greffée d'anhydride maléique, en particulier de polyéthylène greffé d'anhydride maléique.

Généralement, la couche d'adhésif est mince par rapport à l'ensemble de la structure et en particulier, elle n'excède pas quelques % de l'épaisseur générale de  
20 la structure.

Dans la structure selon cette variante de l'invention, la couche barrière peut soit être une des 2 couches externes (situées de part et d'autre de la structure), soit être une couche intermédiaire, comprise entre les 2 couches externes. Cette  
25 dernière variante est avantageuse, la matière plastique barrière étant souvent plus fragile que la matière plastique de base. Lorsque la couche de matière plastique barrière est en sandwich entre deux couches de matière plastique de base, il y a généralement deux couches d'adhésif (une de chaque côté de la couche barrière) ayant chacune une épaisseur de l'ordre de 1 à 2%, voire 3% de la structure.

Selon une autre variante de l'invention, au lieu de recourir à une couche séparée de matière plastique adhésive, cette dernière est simplement mélangée à la matière plastique de base, tel que décrit dans la demande de brevet FR 2776228 dont le contenu à cet effet est incorporé par référence dans la présente demande.  
30

Quelle que soit la variante choisie (adhésif en couche séparée ou mélangé dans la matière plastique de base), la teneur globale en adhésif de la structure  
35 (toutes couches confondues) ne dépasse généralement pas 10%, de préférence 8%,

cette variante de l'invention est un réservoir à carburant, il comprend de préférence au moins une couche essentiellement constituée d'EVOH (copolymère éthylène-alcool vinylique) et une couche essentiellement constituée de PEHD (polyéthylène haute densité) comprenant des nodules d'EVOH de  
5 diamètre inférieur ou égal au  $\mu\text{m}$ .

La matière plastique barrière utilisée dans certaines variantes de l'invention présente souvent une faible adhérence vis-à-vis des polymères usuels dont est généralement essentiellement constituée la couche de matière plastique de base, ce qui impose souvent le recours à une couche de matière plastique adhésive entre la  
10 couche barrière et la couche de base de la structure selon l'invention.

La matière plastique adhésive selon cette variante de l'invention est choisie en fonction de la nature des matières plastiques barrière et de base. On utilise fréquemment, comme matière plastique adhésive, une polyoléfine compatibilisée, et en particulier du polyéthylène compatibilisé. La compatibilisation peut  
15 notamment être obtenue par un greffage, en particulier au moyen d'un anhydride d'acide carboxylique, par exemple d'anhydride maléique. De préférence, la matière plastique adhésive est essentiellement constituée d'une polyoléfine greffée d'anhydride maléique, en particulier de polyéthylène greffé d'anhydride maléique.

Généralement, la couche d'adhésif est mince par rapport à l'ensemble de la structure et en particulier, elle n'excède pas quelques % de l'épaisseur générale de la structure.  
20

Dans la structure selon cette variante de l'invention, la couche barrière peut soit être une des 2 couches externes (situées de part et d'autre de la structure), soit être une couche intermédiaire, comprise entre les 2 couches externes. Cette  
25 dernière variante est avantageuse, la matière plastique barrière étant souvent plus fragile que la matière plastique de base. Lorsque la couche de matière plastique barrière est en sandwich entre deux couches de matière plastique de base, il y a généralement deux couches d'adhésif (une de chaque côté de la couche barrière) ayant chacune une épaisseur de l'ordre de 1 à 2%, voire 3% de la structure.

Selon une autre variante de l'invention, au lieu de recourir à une couche séparée de matière plastique adhésive, cette dernière est simplement mélangée à la matière plastique de base, tel que décrit dans la demande de brevet FR 2776228  
30

Quelle que soit la variante choisie (adhésif en couche séparée ou mélangé dans la matière plastique de base), la teneur globale en adhésif de la structure  
35 (toutes couches confondues) ne dépasse généralement pas 10%, de préférence 8%,

voire 5% en poids de la structure globale.

5 D'un point de vue économique, il est avantageux que la ou les couches de matière plastique de base comprenant de la matière plastique barrière sous forme dispersée comprenne(nt) des chutes de production de structures similaires (c.à.d. ayant une couche de matière plastique barrière et une couche de matière plastique de base comprenant ou non de la matière plastique barrière dispersée) ou des fragments de structures similaires usagées éventuellement soumises à un prétraitement (en vue notamment de les épurer).

10 Selon une variante avantageuse, outre la couche B susmentionnée, la structure selon l'invention comprend au moins une deuxième couche de matière plastique de base comprenant de la matière plastique barrière dispersée sous forme de nodules de diamètre inférieur ou égal au micron, et cette deuxième couche est une couche intermédiaire (interposée entre 2 couches) du corps creux (couche C). Sa teneur en matière plastique barrière est également inférieure à 15% en poids, de préférence, inférieure ou égale à 8% en poids et de manière 15 tout particulièrement préférée, à 5% en poids. Cette teneur sera toutefois avantageusement supérieure à la teneur en matière plastique de la couche intérieure, et de manière particulièrement préférée, supérieure ou égale à 1% en poids, voire supérieure ou égale à 2% en poids.

20 Cette variante de l'invention est avantageuse car elle offre la possibilité d'utiliser une quantité plus importante de matières plastiques recyclées (chutes de production ou anciennes structures usagées). Pour certaines applications, un bon compromis (avantage économique/propriétés mécaniques) est obtenu lorsque la teneur en matière plastique barrière de cette couche intermédiaire est 25 de 1 à 8% en poids. En effet, au delà de 8% en poids de matière plastique barrière, les propriétés mécaniques (et en particulier, la résistance à la chute à froid) des structures multicouches devient insuffisante pour certaines applications.

30 Le fait de pouvoir utiliser non seulement de la matière plastique recyclée dans une couche intermédiaire, en quantités relativement élevées, mais également, dans les couches externes, en des quantités plus faibles (pour ne pas trop grever les propriétés esthétiques et/ou mécaniques de la structure) présente un avantage économique certain. Par conséquent, selon une variante particulièrement avantageuse, la présente invention concerne une structure 35 multicouche ayant au moins deux couches (une externe (B) et une intermédiaire (C)) de matière plastique de base avec de la matière plastique barrière dispersé,

la teneur en matière plastique barrière dans la couche B étant inférieure à 1% en poids et la teneur en matière plastique barrière dans la couche C étant de 1 à 8% en poids.

5 La couche et/ou la structure multicouche selon l'invention peuvent être réalisées de toute manière connue, généralement par extrusion, moulage par injection, embouage, thermoformage ... En particulier, cette couche peut être réalisée par extrusion. Pour les corps creux multicouches comprenant au moins une couche telle que décrite précédemment, les procédés de moulage conviennent bien et en particulier, le procédé appelé extrusion-soufflage.

10 Aussi, la présente invention concerne également un procédé pour la fabrication d'un corps creux tel qu décrit précédemment, ledit procédé comprenant au moins une étape d'extrusion-soufflage d'une paraison multicouche comprenant au moins une couche d'une matière plastique de base comprenant de la matière plastique barrière dispersée sous forme de nodules de  
15 diamètre inférieur ou égal au micron. De préférence, cette couche est une couche externe de la paraison et de manière tout particulièrement préférée, la paraison comprend également une couche de matière plastique barrière. L'épaisseur relative des couches de la paraison susmentionnée peut être quelconque. Toutefois, notamment pour des impératifs économiques, la couche  
20 de matière plastique barrière est généralement limitée à quelques % seulement (typiquement, entre 1 et 5%, voire entre 2 et 4% en poids de la structure), le reste de la structure étant généralement essentiellement constituée de matière plastique de base (les adhésifs éventuels étant également utilisés à raison de quelques % seulement).

25 Dans ce procédé, la dispersion de la matière plastique barrière dans la matière plastique de base peut être réalisée lors de la mise en œuvre par extrusion-soufflage. Toutefois, cette dispersion est parfois difficile à assurer en jouant sur les paramètres de mise en œuvre uniquement, même en utilisant des agents compatibilisants (par exemple de nature similaire aux adhésifs  
30 susmentionnés) et/ou des dispositifs de mélange adéquats (embouts malaxeurs, mélangeurs statiques). Par contre, la demanderesse a constaté que, de manière surprenante, lorsque ladite couche comprend des fragments d'une structure multicouche similaire qui ont été soumis au préalable à un traitement de séparation électrostatique, cette dispersion était assurée sans difficulté et ce  
35 même en l'absence des agents compatibilisants et/ou dispositifs de mélange susmentionnés.

Par conséquent, une variante avantageuse de cet aspect de l'invention, consiste en procédé de fabrication tel que décrit précédemment mais intégrant un procédé de recyclage d'au moins une partie d'un corps creux multicouche comprenant au moins une couche de matière plastique barrière et une couche de matière plastique de base, et comprenant les étapes suivantes :

- on fragmente ladite partie du corps creux ;
- on soumet les fragments obtenus à au moins une étape de séparation électrostatique de manière à obtenir au moins un flux (A) de fragments pauvre en matière plastique barrière et un flux (B) de fragments plus riche en matière plastique barrière ;
- on fabrique par extrusion, une paraison multicouche comprenant une couche externe comprenant des fragments issus du flux (A) ;
- on souffle ladite paraison.

Dans le procédé décrit ci-dessus, il est avantageux que le flux (A) ait une teneur en matière plastique barrière inférieure à 1% en poids et le flux (B), une teneur en matière plastique barrière supérieure ou égale à 1% en poids.

Les fragments issus du flux (A) peuvent être utilisés tels quels, en tant que couche externe, ou être mélangés à d'éventuels additifs, renforts ... et/ou à de la matière plastique de base vierge (non encore utilisée). Cette dernière variante (dilution par de la matière plastique vierge) est préférée. En pratique, un taux de dilution supérieur ou égal à 20%, voire à 30%, mais inférieur ou égal à 80%, voire à 60% conviennent bien [en entend par taux de dilution, le %age pondéral de fragments par rapport au mélange (fragment+résine vierge)].

Dans ce qui précède, les termes « à base de » sont au moins équivalents au terme « en » défini plus haut. De préférence, ils signifient « uniquement constitués de ».

Dans le procédé décrit ci-dessus, il est bien entendu avantageux de pouvoir utiliser également le flux (B), plus riche en matière plastique barrière. Dans ce cas, de manière avantageuse, le flux (B) est utilisé dans une couche intermédiaire de la paraison. Il peut être utilisé tel quel ou dilué avec de la matière plastique vierge. Généralement, il est possible d'utiliser du matériau issu de ce flux tel quel à condition que sa teneur en matière plastique barrière ne soit pas trop élevée. Dans le cas notamment des réservoirs multicouches à carburant, on a constaté qu'une teneur inférieure ou égale à 8% en poids donnait de bons résultats. Par conséquent, selon une variante avantageuse, dans le procédé décrit ci-dessus, le flux (B) a une teneur en matière plastique barrière inférieure ou

égale à 8% en poids et la paraison comprend une couche intermédiaire à base de fragments issus de ce flux (B).

La fragmentation peut s'effectuer de toute manière connue, à température ambiante ou à chaud. Elle peut par exemple s'effectuer entre la température de cristallisation de la matière plastique barrière ( $T_c$ , en °C) et  $T_c - 20^\circ\text{C}$  tel que décrit dans la demande de brevet FR 2765828 susmentionnée, dont le contenu à cet effet est introduit par référence dans la présente demande. Dans le cas de recyclage de déchets de production, il est avantageux de les fragmenter en ligne, lorsqu'ils sont encore chauds.

A l'issue de la fragmentation, on est de préférence en présence de fragments ayant leur plus grande dimension supérieure ou égale au mm, de préférence à 2 mm, voire à 5 mm. Généralement, cette dimension est inférieure ou égale à 15 mm, de préférence à 12 mm, voire à 8 mm.

La séparation électrostatique peut également s'effectuer de toute manière connue, des appareils étant disponibles commercialement à cet effet. Elle se fait de préférence au moyen d'un appareillage dans lequel les fragments sont d'abord chargés et ensuite, séparés en des flux de composition différente par passage au travers d'un champ électrostatique et collecte au moyen d'un dispositif adéquat. Ce dernier comprend avantageusement au moins deux récipients séparés (ou compartiments séparés dans un même récipient) de manière à pouvoir récolter séparément les flux (A) et (B) susmentionnés. Parfois, il peut s'avérer avantageux de récolter au moins 3 flux séparés, ayant chacun une teneur en matière plastique barrière différente. Selon cette variante, le flux le plus pauvre en matière plastique barrière correspond au flux (A), le flux à teneur moyenne, au flux (B) et le flux ayant la teneur la plus élevée (typiquement supérieure ou égale à 10%, voire à 20% en poids), à un flux (C).

Compte tenu de la teneur en matière plastique habituellement utilisée dans les structures multicouches (et en particulier, dans les réservoirs à carburant), la teneur en matière plastique barrière de ce flux (C) sera généralement inférieure ou égale à 50%, de préférence à 40%, voire à 30%.

Ce flux (C) ne sera de préférence pas réutilisé tel quel dans une nouvelle structure multicouche, sa composition ne permettant généralement pas d'obtenir de bonnes propriétés mécaniques. Ce flux sera généralement éliminé ou, de manière avantageuse compte tenu du prix des matières plastiques barrières en général, sera soumis à un ou plusieurs traitements adéquats permettant de l'enrichir en matière plastique barrière et ce faisant, de le recycler dans la couche barrière d'une

égale à 8% en poids et la paraison comprend une couche intermédiaire à base de fragments issus de ce flux (B).

La fragmentation peut s'effectuer de toute manière connue, à température ambiante ou à chaud. Elle peut par exemple s'effectuer entre la température de cristallisation de la matière plastique barrière ( $T_c$ , en °C) et  $T_c - 20^\circ\text{C}$  tel que décrit dans la demande de brevet FR 2765828 susmentionnée. Dans le cas de recyclage de déchets de production, il est avantageux de les fragmenter en ligne, lorsqu'ils sont encore chauds.

A l'issue de la fragmentation, on est de préférence en présence de fragments ayant leur plus grande dimension supérieure ou égale au mm, de préférence à 2 mm, voire à 5 mm. Généralement, cette dimension est inférieure ou égale à 15 mm, de préférence à 12 mm, voire à 8 mm.

La séparation électrostatique peut également s'effectuer de toute manière connue, des appareils étant disponibles commercialement à cet effet. Elle se fait de préférence au moyen d'un appareillage dans lequel les fragments sont d'abord chargés et ensuite, séparés en des flux de composition différente par passage au travers d'un champ électrostatique et collecte au moyen d'un dispositif adéquat. Ce dernier comprend avantageusement au moins deux récipients séparés (ou compartiments séparés dans un même récipient) de manière à pouvoir récolter séparément les flux (A) et (B) susmentionnés. Parfois, il peut s'avérer avantageux de récolter au moins 3 flux séparés, ayant chacun une teneur en matière plastique barrière différente. Selon cette variante, le flux le plus pauvre en matière plastique barrière correspond au flux (A), le flux à teneur moyenne, au flux (B) et le flux ayant la teneur la plus élevée (typiquement supérieure ou égale à 10%, voire à 20% en poids), à un flux (C).

Compte tenu de la teneur en matière plastique habituellement utilisée dans les structures multicouches (et en particulier, dans les réservoirs à carburant), la teneur en matière plastique barrière de ce flux (C) sera généralement inférieure ou égale à 50%, de préférence à 40%, voire à 30%.

Ce flux (C) ne sera de préférence pas réutilisé tel quel dans une nouvelle structure multicouche, sa composition ne permettant généralement pas d'obtenir de bonnes propriétés mécaniques. Ce flux sera généralement éliminé ou, de manière avantageuse compte tenu du prix des matières plastiques barrières en général, sera soumis à un ou plusieurs traitement adéquats permettant de l'enrichir en matière plastique barrière et ce faisant, de le recycler dans la couche barrière d'une structure multicouche (similaire ou différente de celle d'origine).



structure multicouche (similaire ou différente de celle d'origine).

Ainsi, selon une variante du procédé, lors de la séparation électrostatique, au moins un troisième flux (C) est généré dont la teneur en matière plastique barrière est supérieure ou égale à 10% et ce flux (C) est soumis à une étape  
5 ultérieure de traitement permettant de l'enrichir en matière plastique barrière. Une telle étape de traitement peut consister en une dissolution sélective de la matière plastique barrière et une re-précipitation de celle-ci tel que décrit dans la demande de brevet FR 03.03209 dont le contenu à cet effet est incorporé par référence dans la présente demande.

10 Le procédé décrit ci-dessus convient particulièrement bien pour être intégré à une fabrication industrielle de réservoirs à carburant tels que détaillés dans la première partie de cette demande, et en particulier, de réservoirs à carburant à base de PEHD et d'EVOH. De bons résultats ont été obtenus lors de la fabrication de structures suivantes (comprenant, de l'intérieur vers l'extérieur,  
15 les couches à base des matériaux suivants) : P+R1/A/B/A/R2/P où :

–P = PEHD

–A = adhésif à base de PE-g-AM (PEHD greffé à l'anhydride maléique)

–B = barrière d'EVOH

–R1 et R2 = fragments de structures similaires traités par séparation  
20 électrostatique correspondant respectivement aux définitions des flux (A) et (B) susmentionnées et ayant respectivement une teneur en EVOH inférieure à 1% en poids et de 1 à 8% en poids.

En effet, des réservoirs similaires, de type P/A/B/A/R/P (avec R = fragments de structures similaires n'ayant pas subi de traitement électrostatique)  
25 sont commercialisées depuis près de 10 ans tant en Amérique du Nord qu'en Europe, pour satisfaire des normes évaporatives de plus en plus exigeantes. Les épaisseurs relatives des différentes couches dans ces réservoirs sont typiquement (en % poids de la structure) : 40/2/3/2/40/13.

De tels réservoirs usagé ou leurs chutes de production servent  
30 avantageusement de base pour la fabrication de nouveaux réservoirs selon la présente invention. Ainsi, au cours du temps, certaines fabrications (par exemple, lors du (re)démarrage) seront faites sans utilisation de chutes de production, alors que d'autres en utiliseront plus ou moins, selon la qualité des productions précédentes. Egalement, certaines productions pourront être  
35 effectuées à base de matières plastiques issues de réservoirs usagés. Dans ce cas, ces matières plastiques auront de préférence subi un traitement d'épuration (en

Ainsi, selon une variante du procédé, lors de la séparation électrostatique, au moins un troisième flux (C) est généré dont la teneur en matière plastique barrière est supérieure ou égale à 10% et ce flux (C) est soumis à une étape ultérieure de traitement permettant de l'enrichir en matière plastique barrière. Une telle étape de traitement peut consister en une dissolution sélective de la matière plastique barrière et une re-précipitation de celle-ci tel que décrit dans la demande de brevet FR 03.03209.

Le procédé décrit ci-dessus convient particulièrement bien pour être intégré à une fabrication industrielle de réservoirs à carburant tels que détaillés dans la première partie de cette demande, et en particulier, de réservoirs à carburant à base de PEHD et d'EVOH. De bons résultats ont été obtenus lors de la fabrication de structures suivantes (comprenant, de l'intérieur vers l'extérieur, les couches à base des matériaux suivants) : P+R1/A/B/A/R2/P où :

- P = PEHD
- A = adhésif à base de PE-g-AM (PEHD greffé à l'anhydride maléique)
- B = barrière d'EVOH
- R1 et R2 = fragments de structures similaires traités par séparation électrostatique correspondant respectivement aux définitions des flux (A) et (B) susmentionnées et ayant respectivement une teneur en EVOH inférieure à 1% en poids et de 1 à 8% en poids.

En effet, des réservoirs similaires, de type P/A/B/A/R/P (avec R = fragments de structures similaires n'ayant pas subi de traitement électrostatique) sont commercialisées depuis près de 10 ans tant en Amérique du Nord qu'en Europe, pour satisfaire des normes évaporatives de plus en plus exigeantes. Les épaisseurs relatives des différentes couches dans ces réservoirs sont typiquement (en % poids de la structure) : 40/2/3/2/40/13.

De tels réservoirs usagé ou leurs chutes de production servent avantageusement de base pour la fabrication de nouveaux réservoirs selon la présente invention. Ainsi, au cours du temps, certaines fabrications (par exemple, lors du (re)démarrage) seront faites sans utilisation de chutes de production, alors que d'autres en utiliseront plus ou moins, selon la qualité des productions précédentes. Egalement, certaines productions pourront être effectuées à base de matières plastiques issues de réservoirs usagés. Dans ce cas, ces matières plastiques auront de préférence subi un traitement d'épuration (en carburant résiduel notamment) et/ou de régénération (étant entendu que les matières plastiques usagées, et le PEHD en particulier, peuvent avoir été

carburant résiduel notamment) et/ou de régénération (étant entendu que les matières plastiques usagées, et le PEHD en particulier, peuvent avoir été dégradées suite à leur vieillissement). Il peut notamment s'avérer avantageux de mélanger à la matière plastique de base usagée (en particulier lorsqu'il s'agit de HDPE), un agent régénérant (tel qu'un époxyde polyfonctionnel) avant de la mettre en œuvre par extrusion-soufflage. Un tel procédé de régénération est décrit dans la demande WO 03/024692 dont le contenu à cet effet est introduit par référence dans la présente demande.

Un avantage du procédé selon l'invention est que grâce à la bonne dispersion de la matière plastique barrière, l'épaisseur de la couche de rebroyés intermédiaire peut aller jusqu'à 50% de l'épaisseur totale de la structure alors que dans les réservoirs à carburant selon l'art antérieur, où des rebroyés étaient recyclés tels quels, sans séparation électrostatique, cette épaisseur était généralement limitée à 40% de l'épaisseur totale de la structure, pour ne pas trop grever ses propriétés. La demanderesse a en effet constaté que dans les couches de rebroyés non soumis à une séparation électrostatique, les nodules de matière plastique barrière avaient généralement un diamètre supérieur ou égal à  $\mu\text{m}$ , voire supérieur ou égal à  $2\ \mu\text{m}$ , contrairement aux structures de la présente invention, où les nodules sont inférieurs à  $\mu\text{m}$ .

En outre, le fait d'inclure des rebroyés dans la couche intérieure du réservoir, et ce à raison de 80% maximum (par rapport au poids total de la couche), permet de porter le taux global maximum de réutilisation de matières plastique recyclées à 75% sans nuire aux propriétés de la structure et ce toujours grâce à la qualité de la dispersion de la matière plastique barrière dans la matière plastique de base.

La présente invention est illustrée de manière non limitative par l'exemple suivant :

#### Exemple

On a fabriqué 5 générations successives (0, 1, 2, 3 et 4) de réservoirs à carburant de type P+R1/A/B/A/R2/P avec :

—P+R1 = couche intérieure à base de PEHD vierge (grade ELTEX® RSB714) pour la génération 0 (où  $R1=0$ ), et comprenant 46.2% en poids de flux R1 (défini ci-après) dilué dans 53.8% de PEHD vierge pour les générations suivantes, cette couche constituant 42% de la structure totale

—A = couches d'adhésif à base de PE-g-AM (Admer L2100) et constituant chacune 2% en poids de la structure

dégradées suite à leur vieillissement). Il peut notamment s'avérer avantageux de mélanger à la matière plastique de base usagée (en particulier lorsqu'il s'agit de HDPE), un agent régénérant (tel qu'un époxyde polyfonctionnel) avant de la mettre en œuvre par extrusion-soufflage. Un tel procédé de régénération est  
5 décrit dans la demande WO 03/024692.

Un avantage du procédé selon l'invention est que grâce à la bonne dispersion de la matière plastique barrière, l'épaisseur de la couche de rebroyés intermédiaire peut aller jusque 50% de l'épaisseur totale de la structure alors que dans les réservoirs à carburant selon l'art antérieur, où des rebroyés étaient  
10 recyclés tels quels, sans séparation électrostatique, cette épaisseur était généralement limitée à 40% de l'épaisseur totale de la structure, pour ne pas trop grever ses propriétés. La demanderesse a en effet constaté que dans les couches de rebroyés non soumis à une séparation électrostatique, les nodules de matière  
15 plastique barrière avaient généralement un diamètre supérieur ou égal au  $\mu\text{m}$ , voire supérieur ou égal à 2  $\mu\text{m}$ , contrairement aux structures de la présente invention, où les nodules sont inférieurs au  $\mu\text{m}$ .

En outre, le fait d'inclure des rebroyés dans la couche intérieure du réservoir, et ce à raison de 80% maximum (par rapport au poids total de la couche), permet de porter le taux global maximum de réutilisation de matières  
20 plastique recyclées à 75% sans nuire aux propriétés de la structure et ce toujours grâce à la qualité de la dispersion de la matière plastique barrière dans la matière plastique de base.

La présente invention est illustrée de manière non limitative par l'exemple suivant :

25 Exemple

On a fabriqué 5 générations successives (0, 1, 2, 3 et 4) de réservoirs à carburant de type P+R1/A/B/A/R2/P avec :

– P+R1 = couche intérieure à base de PEHD vierge (grade ELTEX® RSB714) pour la génération 0 (où R1=0), et comprenant 46.2% en poids de flux  
30 R1 (défini ci-après) dilué dans 53.8% de PEHD vierge pour les générations suivantes, cette couche constituant 42% de la structure totale

– A = couches d'adhésif à base de PE-g-AM (Admer L2100) et constituant chacune 2% en poids de la structure

-B = couche d'EVOH (EVAL F101) constituant 2.75% en poids de la structure

-R2 = couche à base de flux R2 (défini ci-après) et constituant 40% en poids de la structure

5        -P = couche externe à base de PEHD vierge constituant le restant de la structure

de la manière suivante :

1. extrusion-soufflage :

10        -installation BEKUM BAT1000 comprenant 6 extrudeuses (une par couche) dont le débit total est de 330 kg/h et ayant les caractéristiques géométriques suivantes :

- 1. Couches interne et rebroyés : 100mm, L/D 24 ;

- 2. Couche externe : 50mm, L/D=20 ;

- 3. Couches adhésif et barrière : 38mm, L/D=20

15        -moule de type NS (9 kg, capacité de 75l) avec les zones de décarottage recouverts d'une feuille de PTFE de 0.1mm d'épaisseur

-augmentation artificielle du taux de recyclage à 60% en poids d'une génération à l'autre

20        -durée des cycles de fabrication : 156 s de temps machine (dont 88 s dans le moule) et 150 s depuis la sortie de la machine de soufflage jusqu'au broyage (étapes de décarottage, pesée et convoyage des chutes jusqu'au broyeur).

2. fragmentation : broyeur HERBOLD type SMS 60180, grille 8 mm.

25        3. séparation électrostatique : séparateur triboélectrique EKS-L commercialisé par la société HAMOS ; celui-ci a réalisé la séparation des fragments générés à l'étape précédente en 3 flux, dont l'analyse après séparation des poussières et des fines, a donné le résultat suivant :

-un flux R1 riche en PEHD comprenant 0.24% d'EVOH et constituant 30% du flux total

30        -un flux R2, comprenant 1.17% d'EVOH et constituant 60% du flux total

-un flux R3 comprenant le reste de l'EVOH (soit environ 20%) et constituant 10% du flux total.

-4. nouvelle extrusion-soufflage conformément à l'étape 1 décrite ci-dessus, où les flux R1 et R2 générés à l'étape précédente sont réutilisés, mais pas le flux R3, qui a été écarté.

35        -5. nouvelle fragmentation etc.

- 13 -

Plusieurs réservoirs de chaque génération ont été analysés tant du point de vue de leur résistance à l'éclatement, que de leur résistance au choc à froid et aucune différence significative n'a pu être constatée d'une génération à l'autre.

### REVENDICATIONS

1 – Couche en matière plastique de base comprenant sous forme dispersée, des nodules de diamètre inférieur ou égal au micron comprenant de la matière plastique barrière non compatible avec la matière plastique de base.

5 2 – Structure multicouche comprenant au moins une couche selon la revendication précédente.

3 – Structure multicouche selon la revendication précédente, caractérisée en ce que la couche de matière plastique de base qui comprend des nodules est une couche externe (intérieure ou extérieure) de la structure multicouche (couche B).

10 4 – Structure multicouche selon la revendication 3, caractérisée en ce qu'elle est essentiellement constituée d'un corps creux destiné à contenir un fluide et en ce que la couche B est la couche intérieure du corps creux, en contact avec le fluide.

15 5 – Structure multicouche selon la revendication précédente, caractérisée en ce que le corps creux est un réservoir à carburant et en ce que la matière plastique barrière est l'EVOH (copolymère éthylène-alcool vinylique) et la matière plastique de base est le PEHD (polyéthylène haute densité).

20 6 – Structure multicouche selon l'une quelconque des revendications 3 à 5, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins une deuxième couche de matière plastique de base comprenant sous forme dispersée, des nodules de diamètre inférieur ou égal au micron comprenant de la matière plastique barrière non compatible avec la matière plastique de base (couche C).

7 – Structure multicouche selon la revendication précédente, caractérisée en ce que la couche C est une couche intermédiaire de la structure.

25 8 – Structure multicouche selon la revendication précédente, caractérisée en ce que la teneur en matière plastique barrière de la couche B est inférieure à 1% en poids et en ce que la teneur en matière plastique barrière de la couche C est de 1 et 8% en poids.

30 9 – Procédé pour la fabrication d'une couche selon la revendication 1 ou d'une structure multicouche selon l'une quelconque des revendications 2 à 8, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une étape d'extrusion d'une couche de

matière plastique de base comprenant sous forme dispersée, des nodules de diamètre inférieur ou égal au micron comprenant de la matière plastique barrière non compatible avec la matière plastique de base.

5           10 - Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une étape d'extrusion-soufflage d'une paraison multicouche comprenant au moins une couche externe d'une matière plastique de base comprenant sous forme dispersée, des nodules de diamètre inférieur ou égal au micron comprenant de la matière plastique barrière non compatible avec la matière plastique de base.

10           11 - Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce qu'il intègre un procédé de recyclage d'au moins une partie d'un corps creux multicouche comprenant au moins une couche de matière plastique barrière et une couche de matière plastique de base, et en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 15 - on fragmente ladite partie du corps creux ;
- on soumet les fragments obtenus à au moins une étape de séparation électrostatique de manière à obtenir au moins un flux (A) de fragments pauvre en matière plastique barrière et un flux (B) de fragments plus riche en matière plastique barrière ;
- 20 - on fabrique par extrusion, une paraison multicouche ayant une couche externe comprenant des fragments issus du flux (A) ;
- on souffle ladite paraison.

25           12 - Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le flux (A) a une teneur en matière plastique barrière inférieure à 1% en poids et le flux (B), une teneur en matière plastique barrière supérieure ou égale à 1% en poids.

30           13 - Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le flux (B) a une teneur en matière plastique barrière inférieure ou égale à 8% en poids et en ce que la paraison comprend une couche intermédiaire à base de fragments issus de ce flux (B).



- 14 – Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 13, caractérisé en ce que lors de la séparation électrostatique, au moins un troisième flux (C) est généré dont la teneur en matière plastique barrière est supérieure ou égale à 10% et en ce que ce flux (C) est soumis à une étape ultérieure de
- 5 traitement permettant de l'enrichir en matière plastique barrière.



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

**BREVET D'INVENTION****CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11 235°02

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1.. / 1..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

|  |                      |   |                      |
|--|----------------------|---|----------------------|
| <b>Vos références pour ce dossier</b><br>(facultatif)  |                      | IASR 2003/15  |                      |
| <b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>  |                      | 04.01946  |                      |
| <b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)<br>Couche en matière plastique de base comprenant des nodules de matière plastique barrière.   |                      |   |                      |
| <b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b><br>INERGY AUTOMOTIVE SYSTEMS RESEARCH (Société Anonyme)<br>Rue de Ransbeek, 310<br>B - 1120 BRUXELLES<br>Belgique  |                      |   |                      |
| <b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). |                      |   |                      |
| Nom  |                      | VAN SCHAFTINGEN   |                      |
| Prénoms  |                      | Jules-Joseph  |                      |
| Adresse  | Rue                  | Avenue S. de Walhain 2  |                      |
|  | Code postal et ville | 1300  | WAVRE (Belgique)     |
| Société d'appartenance (facultatif)  |                      |   |                      |
| Nom  |                      | DUPONT  |                      |
| Prénoms  |                      | Serge   |                      |
| Adresse  | Rue                  | Sint-Annalaan 108   |                      |
|  | Code postal et ville | 1800  | VILVOORDE (Belgique) |
| Société d'appartenance (facultatif)  |                      |   |                      |
| Nom  |                      | MABED   |                      |
| Prénoms  |                      | Barbara   |                      |
| Adresse  | Rue                  | Avenue A. Brachet 33  |                      |
|  | Code postal et ville | 1020  | BRUXELLES (Belgique) |
| Société d'appartenance (facultatif)  |                      |   |                      |
| <b>DATE ET SIGNATURE(S)</b><br><b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b><br><b>OU DU MANDATAIRE</b><br>(Nom et qualité du signataire)<br>INERGY AUTOMOTIVE SYSTEMS<br>RESEARCH (Société Anonyme)  |                      | Le 5 avril 2004<br> |                      |

